

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—10412

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和55年(1980)1月24日

C 03 B 37/00

7730—4G

G 02 B 5/172

7529—2H

発明の数 1

審査請求 有

(全 4 頁)

⑭ 光ファイバ用無水ガラス母材の製造方法

茨城電気通信研究所内

① 特 願 昭53—81430

⑦ 発 明 者 柴田典義

② 出 願 昭53(1978)7月6日

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

③ 発 明 者 河内正夫

⑧ 発 明 者 枝広隆夫

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

④ 発 明 者 須藤昭一

⑨ 出 願 人 日本電信電話公社

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社

⑩ 代 理 人 弁理士 杉村暁秀 外1名

## 明 細 書

1. 発明の名称 光ファイバ用無水ガラス母材の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1. 支持棒の一端に、ガラス形成原料を加水分解または熱処理させて作られたガラス微粒子を付着させ、棒状の多孔質ガラス焼結体を作つた後、この多孔質ガラス焼結体を塩酸ガスにさらし、加熱して透明ガラス化する光ファイバ用無水ガラス母材の製造方法において、該塩酸ガスとして液状の塩酸含有化合物から発生させた塩酸含有化合物蒸気を熱分解した後、固形の副生成物を除去して得た塩酸ガスを用いることを特徴とする光ファイバ用無水ガラス母材の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は光ファイバ用の無水ガラス母材の製造方法に関する。

光ファイバ用ガラス母材の製造方法として、支持棒の一端に、四塩化けい素 ( $SiO_2$ ) を主成分

とするガス形成原料ガスを、酸水素パーナ炎とともに吹きつけ、支持棒の一端から棒方向に多孔質の酸化物ガラス焼結体を成長させた後、高温で透明ガラス化して光ファイバ用ガラス母材を得る方法が知られている。この方法は、いわゆる OVD 内付法に比較して、光ファイバの大量生産に適しているが、酸水素パーナや大気中の水蒸気起因する水酸基がしばしば光ファイバ用ガラス母材中に 30 ppm 程度混入し、得られる光ファイバの光伝送特性に悪影響を及ぼす欠点があつた。

この欠点を除去する方法として、従来、多孔質ガラス焼結体を透明ガラス化する際に、多孔質ガラス焼結体を塩酸ガス ( $HCl$ ) にさらして、多孔質ガラス焼結体中の水酸基をハロゲン化して脱水する方法が知られていた。

この方法により光ファイバ用ガラス母材中の OH 基を 1 ppm 程度にまで低減できるが、塩酸ガスは保管に高压容器を要し、取り扱い上、しばしば危険を伴う欠点があつた。また塩酸ガス中には  $FeCl_3$  等の遷移金属化合物が不純物として含まれている

ので、得られる光ファイバには、しばしば波長0.9 $\mu$ m近傍にブロードな吸収ピークが現われ、光伝送損失の増大をまねくという欠点があつた。

また塩素ガスによる脱水作用と同様の効果を得るために、 $SiO_2$ 、 $PO_2$ 、 $SO_2$ 等の取り扱ひの容れた液状の塩素含有化合物から発生させた塩素含有化合物蒸気を含む雰囲気中に、多孔質ガラス焼結体をさらし、加熱して透明ガラス化する方法が考えられる。この場合には遷移金属化合物の混入は避けられるが、塩素含有化合物が熱分解した際に塩素ガスとともに生成される副生成物、例えば $PO_2$ の場合は炭素(C)、 $SiO_2$ の場合はけい素(Si)が光ファイバ用ガラス母材中に混入し、光伝送特性に悪影響を及ぼしたり、透明ガラス化炉を汚染劣化させるという欠点があつた。

本発明は前記の欠点を除去することを目的として考案されたもので、液状の塩素含有化合物から発生させた塩素含有化合物蒸気をあらかじめ熱分解し、固形の副生成物を除去して得た塩素ガスを多孔質ガラス焼結体の脱水処理に用いることにより、

ラス焼結体はつづいて透明ガラス化用ヒータ9により透明ガラス化される。

この際に、開閉弁12、13を開いて液溜め11の中にヘリウムガス(He)を2 $\frac{L}{min}$ 程度送り込み、塩素含有化合物10の蒸気が発生させ、この蒸気を熱分解用加熱炉14中の石英ガラス管15の中に導く。塩素含有化合物は熱分解され、塩素ガスと固形の副生成物が生成される。固形の副生成物は固形副生成物除去用フィルタ17により除去され、回収容器16で回収される。

生成した塩素ガスは導管18により容器1に導かれ、この塩素ガスを含む雰囲気中で多孔質ガラス焼結体の透明ガラス化が約1500 $^{\circ}$ Cの高温下で行われる。このように液状の塩素含有化合物から蒸気として発生させた塩素含有化合物においては、遷移金属化合物等の混入は極小におさえることができ、また熱分解により生成した固形物も除去用フィルタ17により除去されるので、容器1の内部や透明ガラス化用ヒータ9を汚染劣化させることなく、光ファイバ用無水ガラス母材を製造すること

ができる。OH基含有量が少なく、かつ遷移金属等の不純物の混入のない光ファイバ用ガラス母材を提供しようとするものである。以下図面により本発明を詳細に説明する。

第1図は本発明の一実施例図で、1は容器、2は支持棒、3は回転引き上げ装置、4はコアガラス形成用バーナ、5はクラッドガラス形成用バーナ、6は排気ガス処理装置、7は成長させた多孔質ガラス焼結体、8は加熱用ヒータ、9は透明ガラス化用ヒータ、10は液体状の塩素含有化合物、11は液体状の塩素含有化合物を入れた液溜め、12、13は開閉弁、14は熱分解用加熱炉、15は石英ガラス管、16は副生成物回収容器、17は固形副生成物除去用フィルタ、18は導管である。

これを動作させるには、まずコアガラス形成用バーナ4とクラッドガラス形成用バーナ5とにより、支持棒2の端面に二酸化けい素( $SiO_2$ )を主成分とするガラス形成物質を付着させ、支持棒2を回転引き上げ装置3により移動しつつ、円柱状の多孔質ガラス焼結体7を成長させる。多孔質ガ

とができる。

液体状の塩素含有化合物10としては、例えば $SO_2$ 、 $SO_2$ 、 $SiO_2$ 、 $PO_2$ 、 $PO_2$ などを用いることができる。

第2図において、Aは塩素含有化合物として $SiO_2$ を用いて作製した光ファイバ用ガラス母材から得た光ファイバの伝送損失の波長依存性を示す。この光ファイバの残留OH基濃度は0.5 ppm程度にまで低減されている。波長0.95 $\mu$ mにおける吸収ピークは残留OH基に起因するものである。また第2図において、Bは比較のため、脱水処理を行わない場合の特性を示し、Cは通常の塩素ガスにより脱水処理を行った場合の特性を示す。脱水処理を行わない場合の特性Bは30 ppm程度の残留OH基を反映して0.95 $\mu$ mに大きな吸収ピークが存在する。通常の塩素ガスで脱水処理を行った場合の特性Cには、塩素ガス中の遷移金属不純物に起因するブロードな吸収が0.8~1.1 $\mu$ m付近に現われ、光伝送損失の増加をまねいている。

前述の実施例では透明ガラス化の際に、液体状

の塩素含有化合物より発生させた塩素ガスにより脱水処理を行つたが、透明ガラス化に先立ち、加熱用ヒータ8により多孔質ガラス焼結体を800℃程度に保温し、前述の手順で発生させた塩素ガスで予備的な脱水処理をあらかじめ行つておくことにより、光ファイバ用ガラス母材中のOH量をさらに0.1ppm程度にまで低減することも可能である。

以上説明したように、本発明の光ファイバ用無水ガラス母材の製造方法は、多孔質ガラス焼結体を透明ガラス化する際に、液状の塩素含有化合物から発生させた塩素含有化合物蒸気を熱分解させ、図形の副生成物を除去して得た高純度の塩素ガスに、多孔質ガラス焼結体をさらして脱水処理を行うので、通常の高圧容器から取り出した塩素ガスを用いる場合に比べて、脱水処理の際に遷移金属化合物で汚染されることもなく、また塩素含有化合物蒸気を含む雰囲気中で直接透明ガラス化する際に見られた図形の副生成物によるガラス母材や容器、透明ガラス化用ヒータ等の汚染や劣化の虞

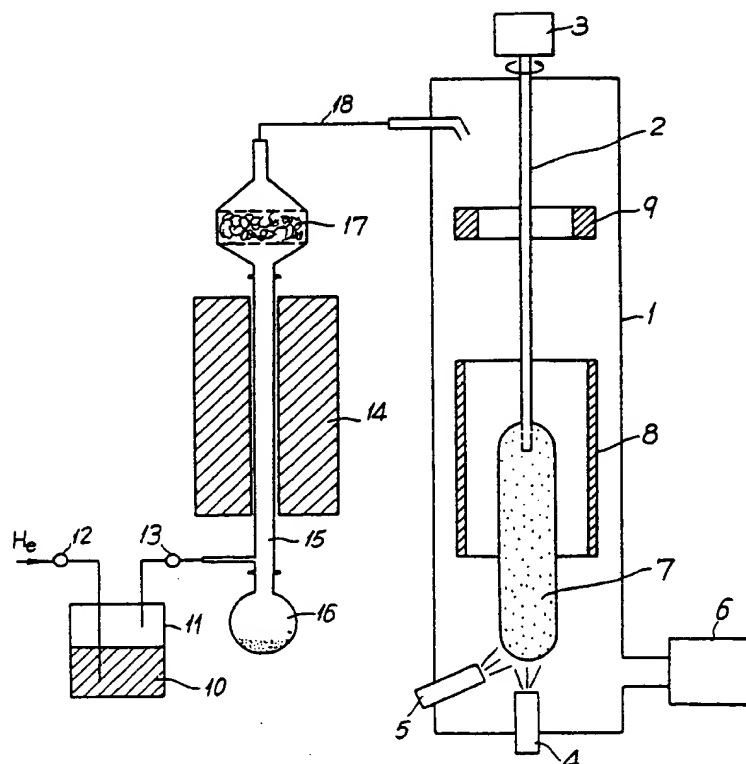
も解消でき、光ファイバの低損失化に貢献することが極めて大きい。

#### 4 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例の構成図、第2図は得られた光ファイバの伝送損失特性図である。

1…容器、2…支持棒、3…回転引き上げ装置、4…コアガラス形成用バーナ、5…クラッドガラス形成用バーナ、6…排気ガス処理装置、7…成長させた多孔質ガラス焼結体、8…加熱用ヒータ、9…透明ガラス化用ヒータ、10…液体状の塩素含有化合物、11…液溜め、12、13…開閉弁、14…熱分解用加熱炉、15…石英ガラス管、16…副生成物回収容器、17…固形副生成物除去用フィルタ、18…導管、A…本発明の実施例により脱水処理された光ファイバの特性、B…脱水処理を行わない場合の光ファイバの特性、C…通常の塩素ガスで脱水処理を行つた場合の特性。

第1図



第 2 図

